

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-146779

⑤ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和61年(1986)7月4日

C 30 B 1/02
// C 30 B 29/246542-4G
6542-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 単結晶の製造法

⑰ 特 願 昭59-268532

⑱ 出 願 昭59(1984)12月21日

⑲ 発 明 者 谷 口 章 二 名古屋市守山区白沢町277

⑳ 発 明 者 山 田 圭 名古屋市昭和区出口町2丁目32

㉑ 出 願 人 日本碍子株式会社 名古屋市瑞穂区須田町2番56号

㉒ 代 理 人 弁理士 杉村 暁秀 外1名

明 細 書

1. 発明の名称 単結晶の製造法

2. 特許請求の範囲

1. 多結晶体と単結晶とを接触して加熱することにより、単結晶を多結晶体方向に結晶成長させて単結晶を得る方法において、

多結晶体と単結晶の接合面を鏡面研磨し、その鏡面研磨面間に膜を介在させて多結晶体と単結晶を接合し、多結晶体と単結晶とを接合した状態で相対湿度70%以上の雰囲気になくとも2時間以上保持した後、加熱して多結晶体を単結晶化することを特徴とする単結晶の製造法。

2. 前記多結晶体と単結晶の接合体を、相対湿度80%以上の雰囲気になくとも5時間以上保持することを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の単結晶の製造法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、多結晶体の均一な単結晶化に関する

もので、特にVTR等の磁気ヘッドに有用な単結晶フェライト等の製造法に関するものである。

(従来の技術)

従来、単結晶の製造法として、本出願人は特開昭55-162496号公報において固相反応法による単結晶製造法を開示した。この製造法では、種となる単結晶と多結晶体の接合面を鏡面研磨した後、塩酸、硝酸等の強酸を接合面に介在させて接合し、直ちに加熱して多結晶体を単結晶化していた。

(発明が解決しようとする問題点)

上述した製造法においては、ブリッジマン法等の単結晶製造法と比べて大量生産が可能で単結晶製品が安価となる等の利点があるが、多結晶体全体が均一な単結晶になりにくく、種単結晶の貼付不良等に起因する多結晶体の結晶の異常成長が認められる場合があった。そのため、単結晶の収率が低いと共に大きな単結晶が得られない欠点があった。

第2図(a)、(b)はそれぞれ典型的な不良

の例を示す斜視図で、1は種単結晶、2は多結晶、3はバックダミー、4は異常結晶成長部、5は生成された単結晶部を示している。なお、第2図(a)は種単結晶の貼付が不十分のために発生する異常結晶成長を、また第2図(b)は多結晶2の材料が悪いために発生する異常結晶成長を示している。

本発明の目的は、上述した不具合を解消して、種貼付不良等に起因する結晶の異常成長を防止して、収率よく大きな単結晶を得ることができる単結晶の製造法を提供しようとするものである。

(問題点を解決するための手段)

本発明の単結晶の製造法は、多結晶と単結晶とを接触して加熱することにより、単結晶を多結晶体方向に結晶成長させて単結晶を得る方法において、多結晶と単結晶の接合面を鏡面研磨し、その鏡面研磨面に酸を介在させて多結晶と単結晶を接合し、多結晶と単結晶とを接合した状態で相対湿度70%以上の雰囲気中少なくとも2時間以上保持した後、加熱して多結晶を単結晶化する。

に好適に使用されるものとしては以下のような組成があげられる。

- I フェライト MnO 20~40モル%
 ZnO 5~30モル%
 Fe_2O_3 残(好ましくは45~55%)
- II フェライト NiO 15~40モル%
 ZnO 15~40モル%
 Fe_2O_3 残(好ましくは45~55%)

III ガーネット：ガーネットには $3Y_2O_3 \cdot 5Fe_2O_3$ と $3Y_2O_3 \cdot 5Al_2O_3$ とがあり何れも本発明の方法で製造可能である。
 その配合割合は $Y_2O_3 : Fe_2O_3 = 3 : 5$ 又は $Y_2O_3 : Al_2O_3 = 3 : 5$ である。

IV スピネル：スピネルは $MgO \cdot Al_2O_3$ の組成であり、配合割合は

することを特徴とするものである。

(作用)

種となる単結晶と多結晶との接合面に強酸を塗布すると、ある一定条件下では接合面に極く薄い金属塩の膜が生成する。本発明では、この金属塩の膜により単結晶と多結晶を強固に接合した状態で加熱して単結晶を得るのが最も望ましい。

本発明者等が種々検討の結果、上述した状態を達成し望ましい単結晶を得るためには、単結晶と多結晶を接合後少なくとも70%以上の相対湿度中で2時間以上エージングすると良いことがわかった。ここで、相対湿度70%以上で2時間以上のエージングが必要であるのは、この条件を満たさないと望ましい接合が達成できず、種貼付不良等に起因する結晶の異常成長を防止することができないためである。

(実施例)

以下、本発明を実施例に基づき詳細に説明する。

本発明の単結晶の製造法は、多結晶であればどのような組成のものにでも適用できるが、実際

$MgO : Al_2O_3 = 1 : 1$ である。

まず、上述したような組成の多結晶ブロックを準備し、その接合面をダイヤモンド砥粒で鏡面研磨する。一方、種として同一の大きさの接合面をもつ同一組成の単結晶を準備し、同様にその接合面を鏡面研磨する。その後、両接合面に塩酸、硝酸等の強酸を滴下し、単結晶と多結晶を接合した。このとき、結晶成長しない多結晶からなるダミー材を準備して、多結晶に関して単結晶と対向する面に鏡面研磨後強酸を介して接合すると、単結晶化のためにより好適である。次に、上述した方法で得られた接合体を、相対湿度70%以上、好ましくは80%以上の雰囲気中に2時間以上、好ましくは5時間以上保持する。その後、接合体を多結晶体において不連続な結晶粒子の成長の起る温度未満の温度に加熱して、多結晶全体を単結晶化する。

実施例1

純度99.9%の炭酸マンガンを焙焼して得られた

酸化マンガンを、純度99.9%の酸化亜鉛および酸化第二鉄を原料とし、その組成が $MnO = 31$ モル%、 $ZnO = 16.5$ モル%、 $Fe_2O_3 = 52.5$ モル%であり不純物として $SiO_2 = 0.01$ %以下、 $TiO_2 = 0.05$ %以下、 $CaO = 0.005$ %以下、 $Na_2O = 0.003$ %以下である調合物を成形し、平衡酸素分圧下で $1320^{\circ}C$ 、4時間焼成してマンガニア鉛フェライト多結晶体を得た。

このフェライト多結晶体と、そのフェライト多結晶体とほぼ同一組成を有する高圧ブリッジマン法で製造されたフェライト単結晶とより、 $10 \times 30 \times 5mm$ と $10 \times 30 \times 0.5mm$ の板を切り出し、それぞれの接合面をダイヤモンド砥粒を用いて研磨した。その後、その接合面に6Nの塩酸を塗布し、多結晶フェライト板と単結晶フェライト板とを重ね合わせた。さらに、結晶成長しない多結晶フェライトよりなるダミー材を準備し、多結晶フェライトに関して単結晶フェライトの接合面と反対側に、同様にして研磨後塩酸を介して接合した。

このフェライト接合体に対して、後述する第1

表に示すようにエージング時間とエージングの際の雰囲気条件（気中の相対湿度）とを変化させてエージングを行なった。エージング後この接合体を窒素雰囲気中において $1250^{\circ}C$ で30分間加熱した後、フェライト多結晶体の不連続な結晶粒子成長の起る $1360^{\circ}C$ 未満の温度である $1350^{\circ}C$ で15時間保持し、固相反応を生起させて本発明による単結晶体を得た。結果を完全に単結晶化したものの出現率（%）で第1表に示す。

第1表

(単位: %)

エージング時間 (Hrs)	エージング雰囲気	気中相対湿度			
		50%	60%	70%	90%
0.5	④	20	14	18	22
	⑤	80	86	82	78
1	④	26	35	54	73
	⑤	74	65	46	27
2	④	31	37	76	91
	⑤	69	63	24	9
5	④	30	41	90	98
	⑤	70	59	10	2
10	④	37	43	93	98
	⑤	63	57	7	2
20	④	33	49	94	98
	⑤	67	51	6	2
30	④	35	45	94	98
	⑤	65	55	6	2

④ 良品（完全に単結晶化したもの）

⑤ 不良品（単結晶化しないもの）

また、第1表の結果により、エージング雰囲気（相対湿度）、エージング時間と良品率の関係を第1図に示す。第1表および第1図から明らかにように、本発明の範囲であるエージング時間2時間以上、好ましくは5時間以上で、エージング雰囲気が気中相対湿度70%以上の範囲のものは、種貼付不十分等に起因する多結晶フェライトの異常成長が少く良好な結果が得られている。

（発明の効果）

以上詳細に説明したところから明らかにように、本発明の単結晶の製造法によれば、多結晶全体が完全に単結晶化した単結晶を取率よく得ることができる。また、大きな単結晶を得ることができると共に多結晶体を単結晶化する収率を向上させることができる。さらに、本発明方法により得られたフェライト単結晶はVTR用磁気ヘッドとして好適に使用できる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明のエージング雰囲気（相対湿度）エージング時間と良品率の関係を示すグラフ、

第2図(a)、(b)はそれぞれ典型的な不良の例を示す斜視図である。

- 1…種単結晶 2…多結晶体
3…バックダミー 4…異常結晶成長部

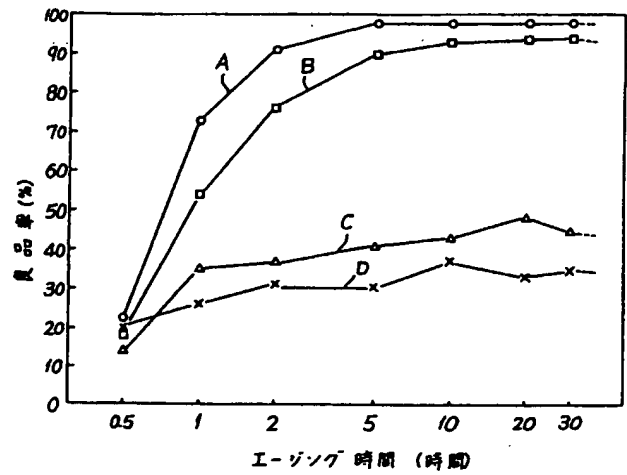
特許出願人 日本碍子株式会社

代理人弁理士 杉 村 曉 秀

同 弁理士 杉 村 興 作



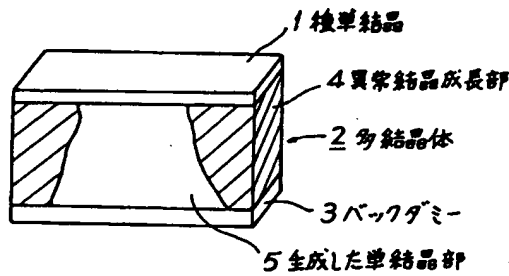
第1図



A: 相対湿度 90% でエージング
B: 相対湿度 70% でエージング
C: 相対湿度 60% でエージング
D: 相対湿度 50% でエージング

第2図

(a)



(b)

